

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-126271

(43)公開日 平成7年(1995)5月16日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	府内整理番号	F I	技術表示箇所
C 07 F 7/12	M			
	K			
	R			
B 01 J 31/22	X 8017-4G			
C 07 F 7/14				

審査請求 未請求 請求項の数2 O L (全4頁) 最終頁に統く

(21)出願番号 特願平5-270278

(22)出願日 平成5年(1993)10月28日

(71)出願人 000002060

信越化学工業株式会社

東京都千代田区大手町二丁目6番1号

(72)発明者 久保田 透

新潟県中頸城郡頸城村大字西福島28番地の
1 信越化学工業株式会社合成技術研究所
内

(72)発明者 山本 昭

新潟県中頸城郡頸城村大字西福島28番地の
1 信越化学工業株式会社合成技術研究所
内

(74)代理人 弁理士 小宮 良雄

最終頁に統く

(54)【発明の名称】 ハロプロビルジメチルクロロシランの製造方法およびその合成用の触媒

(57)【要約】 (修正有)

【目的】 ハロプロビルジメチルクロロシランを工業的に容易に、かつ高収率で製造することができる方法を提供し、その際に使用できる合成触媒を見いだす。

【構成】 ジメチルクロロシランとハロゲン化アリル化合物 $X-CH_2-CH=CH_2$ (Xは塩素、臭素またはヨウ素)とを、イリジウム錯体 $[Ir(R)Y]_2$ (Rはジエン化合物、Yは塩素、臭素またはヨウ素)の存在下で反応させて、ハロプロビルジメチルクロロシランX $(CH_2)_3-Si(CH_3)_2-Cl$ を製造する。

BEST AVAILABLE COPY

ロヘキサジエン、1, 3-シクロオクタジエン、1, 5-シクロオクタジエン、ノルボルナジエンである。Yは塩素、臭素またはヨウ素を示す。

【0009】ハロプロビルジメチルクロロシラン合成用の触媒は、化学式【II】で示されるイリジウム錯体である。イリジウム錯体の使用量は、反応温度、時間、圧力等により左右されるが、ジメチルクロロシラン1モルに対し、イリジウム原子として 10^{-6} モル以上 10^{-2} モル以下、好ましくは 10^{-4} モル以上 10^{-3} モル以下が望ましい。使用量が 10^{-2} モルを越ても、コスト面以外に特に問題はないが、 10^{-5} モルに満たない場合、反応性が極端に低くなる。

【0010】ハロプロビルジメチルクロロシランは、具体的にはクロロプロビルジメチルクロロシラン、プロモプロビルジメチルクロロシラン、ヨードプロビルジメチルクロロシランである。

【0011】通常、ジメチルクロロシランとハロゲン化アリル化合物からハロプロビルジメチルクロロシランを製造する反応は、無溶媒で行なわれる。しかし目的に応じ、反応に関与しない溶媒、例えばトルエン、キシレン、テトラヒドロフラン、ヘキサンを使用してもかまわない。反応条件は特に限定されるものではないが、常圧または加圧下での圧力に応じて、0～200℃、好ましくは30～100℃が望ましい。反応時間は、上記圧力、温度、使用触媒量に応じて調整される。通常、常圧において温度30～100℃でジメチルクロロシランとハロゲン化アリル化合物を反応させた場合、反応は1～5時間で速やかに終了する。

【0012】

【作用】触媒にイリジウム錯体を用いてジメチルクロロシランとハロゲン化アリル化合物とを反応させると、イリジウム錯体が副反応を抑制し、ハロプロビルジメチルクロロシランは生成しやすくなる。ジメチルクロロシランとハロゲン化アリル化合物が効率良く反応し、ハロプロビルジメチルクロロシランが高収率で得られる。

【0013】

【発明の効果】本発明の製造方法によると、工業的スケールでハロプロビルジメチルクロロシランが容易にかつ高収率で得られるようになった。

【0014】

【実施例】以下、本発明の実施例を説明する。

【0015】実施例1

搅拌機、還流冷却器、温度計及び適化ロートを備えた500mlのフラスコ中に塩化アリル80.3g(1.05モル)及びジームークロロビス(η -1, 5-シクロオクタジエン)ニイリジウム 16.8mg (2.5×10^{-4} モル)を加えた後、搅拌しながら加熱して35℃まで上昇させた。この中に、ジメチルクロロシラン94.6g(1.0モル)を滴下ロートから1時間かけて滴下した。滴下中は反応温度を35～40℃の範囲に保ち、滴下終了後、40℃で1時間熟成した。反応液をガスクロマトグラフィーにより分析すると、ジメチルクロロシランは完全に消費されており、副反応によって生成するジメチルジクロロシラン等の副生成物はごくわずかであった。この反応液を減圧蒸留すると、沸点75～77℃/22mmHgの留分としてクロロプロビルジメチルクロロシラン154.9gを得た。収率は90.5%であった。

【0016】比較例

ジームークロロビス(η -1, 5-シクロオクタジエン)ニイリジウム 16.8mg (2.5×10^{-4} モル)の代わりに、触媒として塩化白金酸六水和物259mg(5×10^{-4} モル)のイソプロビルアルコール溶液を使用した。これ以外は実施例1と同様にして反応を行なった。反応液をガスクロマトグラフィーにより分析すると、未反応のジメチルクロロシランが大量に存在していたので、さらに60℃で2時間熟成した。反応液を再びガスクロマトグラフィーにより分析すると、ジメチルクロロシランはほぼ消失していたが、副反応により生成するジメチルジクロロシラン等の副生成物が大量に生成していた。この反応液を減圧蒸留すると、沸点75～77℃/22mmHgの留分としてクロロプロビルジメチルクロロシラン36.3gを得た。収率は21.2%であった。

【0017】実施例2

溶媒としてトルエン100mlを添加したことを除いて、実施例1と同様にして反応を行なった。反応液を減圧蒸留すると、クロロプロビルジメチルクロロシラン152.1gが得られた。収率は88.9%であった。

【0018】以上の結果より、塩化アリルとジメチルクロロシランとを反応させる場合、イリジウム錯体を触媒に使用すると、クロロプロビルジメチルクロロシランの収率が高くなることがわかった。

フロントページの続き

(51) Int.CI. 6

// C 07 B 61/00

識別記号

府内整理番号

300

F I

技術表示箇所

(72)発明者 遠藤 幹夫

新潟県中頸城郡頸城村大字西福島28番地の
1 信越化学工業株式会社合成技術研究所
内

STN Karlsruhe

L3 ANSWER 1 OF 1 WPIDS COPYRIGHT 2005 THE THOMSON CORP on STN
AB JP 07126271 A UPAB: 19950721

Prodn. of halopropyldimethylchlorosilanes is done by reacting dimethylchlorosilane with an allyl halide cpd. of formula $XCH_2CH=CH_2$ (I) in the presence of an iridium complex of formula $[Ir(R)Y]_2$ (II), where X is chlorine, bromine or iodine; R is diene compound; Y is chlorine, bromine or iodine. Also claimed is a catalyst for the synthesis of halopropyldimethylchlorosilane of formula (II).

USE - The halopropyldimethylchlorosilane are useful as a synthetic intermediate for silane coupling agents and modifying agent for silicone oil.

ADVANTAGE - The process can produce halodimethylchlorosilanes on an industrial scale easily and in improved yields.

Dwg: 0/0

THIS PAGE BLANK (USPTO)